

文章编号 :1009 - 038X(2002)03 - 0310 - 02

油脂中阴离子表面活性剂残余含量的测定

朱庆英 , 裘爱泳

(江南大学 食品学院 , 江苏 无锡 214036)

摘 要 :在氯仿溶液中 , 十二烷基硫酸钠和亚甲基蓝发生络合反应生成一定的络合物 , 通过测定络合物的吸光度可计算十二烷基硫酸钠的含量 . 用此法可测定表面活性剂分提猪油后在产品中的残余含量 , 具有操作简单、结果准确等优点 , 适合工业生产中使用 .

关键词 :十二烷基硫酸钠 ; 分光光度法 ; 猪油 ; 亚甲基蓝

中图分类号 : TS 227

文献标识码 : A

Analysis of Traces of Anionic Detergents in Oils and Fats

ZHU Qing-ying , QIU Ai-yong

(School of Food Science and Technology , Southern Yangtze University , Wuxi 214036 , China)

Abstract : The method was based on the formation of a chloroform-soluble complex of detergent and methylene blue in a stoichiometric ratio. The detergent concentration was determined spectroscopically. Residual detergents in the fractionated lard by surfactant were determined. Thus , the safety of lard could be assured.

Key words : sodium dedecyl sulfate ; spectroscopic ; lard ; methylene blue

十二烷基硫酸钠 , 又名月桂基硫酸钠 , 为白色至奶黄色结晶或粉末 , 溶于水 , 对碱、弱酸、硬水均稳定 . 该产品可作为发泡剂、乳化剂和表面活性剂 , 广泛应用于蛋糕、饮料、食用油等食品中 . 在油脂工业中根据油脂、脂肪酸和脂肪醇组分的熔点不同 , 在一定的温度下部分结晶后 , 加入一定量的表面活性剂和无机盐 (如 Na_2SO_4 , MgSO_4 或 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) 的水溶液之后 , 结晶体与液油都分散在水中 , 通过离心分离可获得油相 , 将固脂和水相层继续加热离心分离 , 可得到固脂^[1].

分提所得的产品通常含有残余的表面活性剂 , 必须经过水洗和精炼去除 , 而准确、灵敏的分析方法是进行产品质量监控所必需的 .

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

分光光度计 : UV—723 型 , 上海精密科学仪器有限公司生产 .

试剂 : 中性亚甲基蓝 (0.35 g 亚甲基蓝加水定容至 1 L) ; 酸性亚甲基蓝 (0.35 g 亚甲基蓝加 500 mL 水和 6.5 mL 的浓硫酸) , 亚甲基蓝溶液使用前至少放置 24 h , 并加氯仿振摇 ; 磷酸液 (12.52 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 加 500 mL 水和约 3 mL 0.5 mol/L 的 NaOH 溶液 , 调节 pH 值至 10 , 定容至 1 L) ; 十二烷基硫酸钠 : 食品级 .

收稿日期 : 2002 - 01 - 09 ; 修订日期 : 2002 - 03 - 01 .

作者简介 : 朱庆英 (1975 -) , 女 , 江苏宜兴人 , 工学硕士 .

万方数据

1.2 测定原理

水介质中的离子型表面活性剂可通过重量法、体积法或分光光度法进行测定,而分光光度法是最灵敏的一种方法.这种方法是基于阴离子表面活性剂和亚甲基蓝以一定配比形成溶于氯仿的络合物,形成蓝色盐类,其颜色的强度与浓度成正比,而亚甲基无机盐溶于水而不溶于氯仿中.油中所含的表面活性剂用水或水-醇提取,再用 H_2SO_4 将脂肪酸皂转化为脂肪酸.这些物质会影响分析,可用氯仿加以萃取分离.

2 结果与讨论

2.1 标准曲线绘制

250 mL 的分液漏斗中加 100 mL 水→分别加入 20 50 100 150 200 μg 表面活性剂十二烷基硫酸钠→加 10 mL Na_2HPO_4 溶液、5 mL 中性亚甲基蓝溶液、15 mL 氯仿→振荡 1 min→分出氯仿层入另一分液漏斗(含 100 mL 水和 5 mL 酸性亚甲基蓝溶液)→振荡 1 min→分出氯仿层,用塞上棉绒(事先用氯仿润湿过)的漏斗过滤至一已校准刻度的长颈瓶→用 10 mL 氯仿萃取两次,棉绒用氯仿洗涤→氯仿萃取物达 50 mL→用分光光度计测 650 nm 下的吸光度,与空白值比较→绘制吸光度—十二烷基硫酸钠质量标准曲线.

2.2 回归方程

标准样品吸光度和标准曲线测定结果(平均值)见表 1 和图 1.

经计算,得出线性回归方程为: $y = 0.0047x - 0.0281$,得出复相关系数 $R = 0.9955$, $R_a = 0.8114$, $R > R_a$,可用于定量分析.

十二烷基硫酸钠的回收率为 95% ~ 103%.

表 1 标准样品十二烷基硫酸钠的测定
Tab.1 Determination of standard product of sodium dedecyl sulfate

十二烷基硫酸钠质量/ μg	吸光度 A
0	0
20	0.057
50	0.154
100	0.489
150	0.656
200	0.921

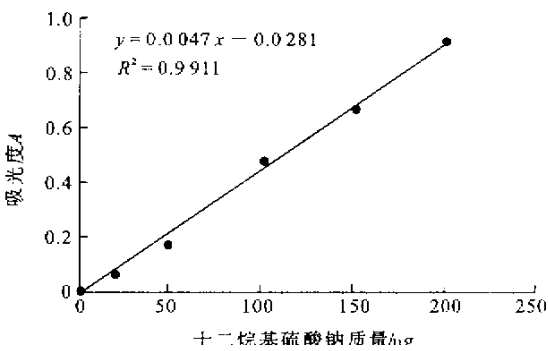


图 1 十二烷基硫酸钠含量测定的标准曲线

Fig.1 Standard curve line of the content of sodium dedecyl sulfate

2.3 表面活性剂分提猪油后所得产品中残余含量的测定

2.3.1 样品处理过程 200 g 油置于 500 mL 的加塞圆锥瓶中→加 50 mL 水或体积比为 1:1 的水和乙醇→加热至 80 $^{\circ}\text{C}$ 搅拌、振荡 1 h→沸水浴 1 h 破除残余乳化→以 3 000 r/min 离心 5 min→取离心分离的残余液 25 mL→加 50 mL 水并入分液漏斗→加 20 mL 0.05 mol/L 的 H_2SO_4 溶液→15 mL 氯仿萃取两次→0.5 mol/L 的 NaOH 溶液中和→加 10 mL 磷酸液、5 mL 中性亚甲基蓝溶液、15 mL 氯仿→振荡 1 min→以下同标准曲线绘制步骤.

2.3.2 测试结果 根据测试所得吸光度,代入上式标准线性回归方程,求得猪油产品中十二烷基硫酸钠的残余质量.见表 2.经 3 次平行试验,相对偏差为 0.3%.

表 2 猪油脂产品中十二烷基硫酸钠的残余质量浓度
Tab.2 The contents of residual detergents in the fractionated lard

样品名*	吸光度 A	残余质量/ μg	残余质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
固脂 1	1.013	221.5	8.86
液脂 1	0.378	86.61	2.66
固脂 2	0.406	92.36	3.69
液脂 2	0.171	40.29	1.70

注 固脂 1 和液脂 1 分别表示一次分提所得猪油脂产品,固脂 2 和液脂 2 分别表示在液脂 1 的基础上,进行的二次分提后所得的猪油脂产品.

由表 2 可知,4 种猪油脂产品中十二烷基硫酸钠的残余质量浓度,均符合 FDA 的标准($\leq 10 \mu\text{g}/\text{mL}$)^[1],保证了猪油脂的食用安全性.利用分光光度法对猪油脂中表面活性剂残余含量的测定,快捷简单,准确可靠,适合工业生产中应用.

参考文献:

[1] 刘正超. 染料药剂[M]. 北京: 中国纺织出版社出版, 1995. (责任编辑 杨 萌 朱 明)